

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-136316

⑤ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和63年(1988)6月8日

G 11 B 5/66  
C 23 C 14/06  
G 11 B 5/72

7350-5D  
8520-4K  
7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑬ 発明の名称 磁気記録体

⑭ 特 願 昭61-281790

⑮ 出 願 昭61(1986)11月28日

⑯ 発 明 者 田 中 秀 明 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑯ 発 明 者 五 味 憲 一 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑯ 発 明 者 斉 藤 幸 雄 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑯ 発 明 者 藤 田 一 紀 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑰ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

⑱ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外2名

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

磁気記録体

## 2. 特許請求の範囲

1. 非磁性円盤状基体上に磁性薄膜が被覆され、前記磁性薄膜上にカーボン保護層が被覆された磁気記録体において、

前記カーボン保護層を表面処理することにより表面に官能基を形成し、前記官能基を介して潤滑層が前記カーボン保護層の上に化学修飾されていることを特徴とする磁気記録体。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は磁気記憶装置に用いられる磁気記録体に関する。

〔従来の技術〕

磁気記憶装置は、磁気記録体と記録再生磁気ヘッド(以下ヘッドと呼ぶ)を主要構成部としている。その記録再生方法は、操作開始前にはヘッドと磁気記録体面が接触状態であるが、磁気記録体

が所定の回転数で回転することにより、ヘッドと磁気記録体面の間に所定の空間を作り、この状態で記録再生する方法が現在では主流となっている(コンタクト・スタート・ストップ方式、以下CSS方式と称す)。この方法では、操作終了時に磁気記録体の回転が止まる際には、ヘッドと磁気記録体は、再び、接触状態になる。この方式では操作開始時、及び、終了時にヘッドと磁気記録体面は接触摩擦状態となり、この時のヘッドと磁気記録体面の摩擦力を低減させるために、磁気記録体の表面に保護層を形成させることが一般的に行なわれている。保護層の役割は、ヘッドと磁気記録体面の摩擦力を低減させるだけでなく、ヘッドが磁気記録体面から浮上している際に、わずかなバランスの変化により、ヘッドが磁気記録体面に衝突した際にも、磁性層に傷がつくのを保護する役目もある。さらに、磁性層の材質によつては、空気中の湿度等による腐食の心配があり、保護層はそれを防止する役割もある。

磁気記録体にとって重要な構成部である保護層

は、従来から種々の材料が知られている。例えば、金属メッキ膜（例えばCr, Rh, Ni-P等）を保護層として被覆する方法があるが、いずれも上記の接触摩擦現象に対して有効な手段とはならない。より信頼性の高い保護層として、SiO<sub>2</sub>層と潤滑層を形成させる方法や、カーボン膜を形成させる方法も試みられている（NIKKEI NEW MATERIALS PP24-33 1985年12月号）。このうちカーボン保護層は、他の保護層に比べて優れた特性を示すが、耐摺動性の面では不十分で長時間にわたるヘッドとの接触摩擦によつて徐々にけずられてカーボン粉が折出してしまふ。

このように、磁気記録体の保護層としては種々の材料が知られているが、常に、高信頼度化が望まれている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記従来技術はヘッドと磁気記録体面の接触摩擦現象に対して、磁気記録体を保護するための信頼性、とりわけ耐摺動潤滑性が不十分である。

本発明の目的は、接触摩擦現象に対してより高

信頼度の磁気記録体を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

上記目的は、磁気記録体を構成するカーボン保護層を表面処理して官能基を形成し、この官能基に対して潤滑性をもつ高分子化合物を化学修飾することにより達成される。

〔作用〕

磁気記録体を構成するカーボン保護層は、酸性性プラズマ処理、あるいは、化学的酸化処理によつて表面に-OH基あるいは-COOH基を形成しうる。このカーボン保護層表面に形成した官能基と化学的に反応しうる官能基（例えばシラノール基、-Si(OH)<sub>3</sub>）を末端にもつ高分子潤滑剤を化学修飾させることにより、カーボン保護層上に強固な潤滑層を形成することができる。

〔実施例〕

以下、本発明を詳細に説明する。

図は本発明の磁気記録体の一実施例を示す断面図である。本発明の磁気記録体は、合金円盤1とその上に被覆された非磁性合金層2と、この非磁

性合金層2の研磨面上に被覆された磁性薄膜層3と、この磁性薄膜層3上に被覆されたカーボン保護層4と、このカーボン保護層4上に化学修飾された潤滑層5から構成される。

合金円盤1の材料は、通常、Al-Mg合金が用いられ、十分小さなうねりを持つた面に仕上げられていなければならない。この合金円盤1の上には機械的表面精度と、ヘッドとの接触時に変形損傷を生じない強度をもつ非磁性合金層2が形成される。この非磁性合金層2には、磁性薄膜層3の材料がCo-Ni系の場合、メッキ法によりNi-P膜が形成されることが多い。磁性薄膜層3がγ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の場合には、この磁性層の形成時に300℃前後の熱処理を要するため、Ni-P膜では耐熱性が不十分であり、アルマイト層、あるいは、耐熱性に優れた他の材料が用いられる。

非磁性合金層2は機械的研磨により表面粗さ0.04 μm以下に鏡面仕上げされたあと、磁性薄膜層3が形成される。この磁性薄膜層3には、スパッタ法によるCo-Ni膜やγ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜、

あるいは、メッキ法によるCo-Ni-P膜などが用いられる。

磁性薄膜層3は、そのままでは耐食性およびヘッドとの接触摩擦に対する耐久性が十分でないため、磁性薄膜層3上にカーボン保護層4が形成される。このカーボン保護層4は、潤滑性をもっているが、長時間にわたるヘッドとの接触摩擦によつて徐々にけずられてカーボン粉が折出する。ここで折出するカーボン粉は磁気記録体面上に付着してヘッドの走行を妨げるのみでなく、記録再生を誤動作させる原因となる。そこで、カーボン保護層4の表面の潤滑性を高めるために、潤滑層5が形成される。この潤滑層5は、ヘッドとの摩擦係数が十分小さいことが必要で、また、ヘッドとの接触により簡単に損耗しないように、単に保護層と化学的に結合しているだけでは不十分で、保護層と化学的に結合していることが重要である。

カーボン保護層4の表面には、そのままでは潤滑剤と化学的に結合しうる官能基は存在しない。しかし、カーボン保護層4を表面処理（例えば、

酸化的プラズマ処理や化学的酸化処理)することにより、表面に水酸基(—OH基)やカルボキシル基(—COOH)を容易に形成することができる。これに着目することにより、これと反応する官能基をもつ潤滑性高分子化合物を化学的にカーボン保護層4上に結合させることができる。ここで用いることができる潤滑性高分子化合物は配向したシリコンオイル、ふつ素油、および、フロロシリコンなどのオイル類のオクタデシルトリクロロシラン、ヘキサメチルジシラザンなどのシラン、または、シラザン類など、カーボン保護層4の表面に存在する水酸基やカルボキシル基と化学的な結合を形成しうる。その他、カーボン保護層4の表面の水酸基やカルボキシル基と化学的な結合を形成しうる官能基をもち、潤滑性をもつものであればどのようなものでもよい。

例えば、 $\text{RSiC}_2\text{H}_5$ (Rは直鎖炭化水素)の構造を持つものは、水によつて加水分解されて反応性に富むシラノール基( $\text{Si-OH}$ )を含む化合物となる。このシラノール基を含む部分は、カー

法により塗布し、全体を200℃で二時間焼成して潤滑層5を形成し、磁気記録体を作製した。

#### 〈実施例 2〉

実施例1と同様に、合金円盤1の材料として、 $\text{Al-Mg}$ 合金を用い、非磁性合金層2として $\text{Ni-P}$ 層を形成した後、磁性薄膜層3として $\text{Co-Ni}$ 合金層を厚さ500Åで形成し、この面上にカーボン保護層4を厚さ300Åに形成させた。このようにして得られたディスク状円盤を、過酸化水素10%溶液で40℃、二時間処理した後、この面上にオクタデシルトリクロロシランの0.1 wt% n-ブタノール溶液をスピコート法により塗布し、全体を200℃で二時間焼成して潤滑層5を形成し、磁気記録体を作製した。

#### 〈比較例 1〉

実施例1と同様に、合金円盤1の材料として $\text{Al-Mg}$ 合金を用い、非磁性合金層2として $\text{Ni-P}$ 層を形成し、磁性薄膜層3として $\text{Co-Ni}$ 合金を厚さ500Åで形成した後、この面上にカーボン保護層4を厚さ300Åに形成し、潤

滑層5として弗素系の潤滑油を塗布して磁気記録体を作製した。

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

#### 〈実施例 1〉

磁気記録体の合金円盤1の材料として $\text{Al-Mg}$ 合金を用い、加工によつて十分小さなうねり(真直度14μm以下)をもった面に仕上げられた上に非磁性合金層2として無電解メッキにより $\text{Ni-P}$ 層を30μm形成させこの $\text{Ni-P}$ 層を、機械的研磨により、表面粗さとして $R_{\text{max}}0.04\mu\text{m}$ 以下、厚さ20μmまで鏡面研磨仕上げした。この面上に磁性薄膜層3としてスパッタ法により、 $\text{Co-Ni}$ 合金磁性層を厚さ500Å形成した。この面上にスパッタ法によりカーボン保護層4を厚さ300Åに形成させた。このようにして得られたディスク状円盤を、酸素と水蒸気を雰囲気ガスとした高周波プラズマ中で二分間処理した後、この面上にオクタデシルトリクロロシランの0.1 wt% n-ブタノール溶液をスピコート

滑層5として弗素系の潤滑油を塗布して磁気記録体を作製した。

#### 〈比較例 2〉

実施例1と同様に、合金円盤1の材料として $\text{Al-Mg}$ 合金を用い、非磁性合金層2として $\text{Ni-P}$ 層を形成し、磁性薄膜層3として $\text{Co-Ni}$ 合金を厚さ500Åに形成した後、この面上にカーボン保護層4を厚さ300Åに形成して磁気記録体を作製した。

実施例1、2および比較例1、2に示した磁気記録体と、 $\text{Mn-Zn}$ フェライトヘッドを用いてヘッド浮上量0.2μmでCSS方式による記録再生試験を実施した。比較例2の場合には、三万回の繰返し後に、目視観察できるきずが発生した。比較例1の場合には、四万回の繰返し後に目視観察できるきずが発生し、また、ヘッドと磁気記録体が密着して始動時にヘッドが浮上しにくいという欠点があつた。これに対し、実施例1、2の場合には、ヘッドと磁気記録体の密着は見られず、五万回の繰返し後にもきずは皆無であつた。

潤滑剤をカーボン保護層表面に化学結合させて潤滑層を形成したため、磁気記録体の潤滑性が向上し、また、潤滑剤を単に塗布した場合に比べて、ヘッドとの接触で潤滑剤が機械的にこすりとられることが少なくなった。これにより、より高信頼性の磁気記録体を提供することができる。

〔発明の効果〕

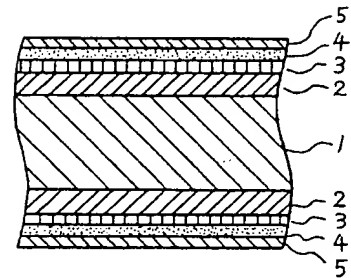
本発明によれば、潤滑層の耐久性を増し、磁気記録体が摩耗により損傷するのを防ぐことができる。

4. 図面の簡単な説明

図は本発明の磁気記録体の一実施例を示す断面図である。

1…合金円盤、2…非磁性合金層、3…磁性薄膜層、4…カーボン保護層、5…潤滑層。

代理人 井理士 小川勝男



1…合金円盤  
2…非磁性合金層  
3…磁性薄膜層  
4…カーボン保護層  
5…潤滑層



第1頁の続き

⑫発明者	武内 静士	茨城県日立市久慈町4026番地	株式会社日立製作所日立研究所内
⑬発明者	沢 昌 昇一	茨城県日立市久慈町4026番地	株式会社日立製作所日立研究所内
⑭発明者	森 利 克	茨城県日立市久慈町4026番地	株式会社日立製作所日立研究所内
⑮発明者	本地 章 夫	茨城県日立市久慈町4026番地	株式会社日立製作所日立研究所内

## 手続補正書 (自発)

昭和 年 月 日  
63 2 24

特許庁長官 小川邦夫殿

事件の表示

昭和61年特許願第281790号

発明の名称

磁気記録体

補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称(510) 株式会社日立製作所

代理人

居所(〒100)東京都千代田区丸の内一丁目5番1号

株式会社日立製作所内

電話東京 212-1111 (大代表)

氏名(6850) 弁理士 小川勝

補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄

補正の内容

別紙の通り。



スク状円盤を、アルゴン、酸素及び水蒸気の混合ガスを雰囲気ガスとした高周波プラズマ中で2分間処理した。処理時のガス雰囲気条件は、Ar: 0~90%、O<sub>2</sub>: 90~50%、H<sub>2</sub>O: 0~50%、全圧力: 0.1~20 torr の範囲が好適である。本実施例においては、Ar: 70%、O<sub>2</sub>: 25%、H<sub>2</sub>O: 5%の混合ガス中、全圧 1 torr において前記処理を行った。このように処理したディスク状円盤を、パーフロオロポリエーテル鎖を持ち、その末端の一方又は両方に、カーボン層上に形成された-OH基や-COOH基と結合しうる官能基を有するフッ素系潤滑剤(例えばFomblin Z Deal, Fomblin Z Dol, Fomblin Z Disso等)溶液中に浸せきする法、またはスピンコートする法等により潤滑層5を形成することができる。ここでは、上記のFomblin Z Dolを0.2wt%含む溶液中に上記のディスク状円盤を浸せきし

1. 明細書の発明の詳細な説明の欄を次のように訂正する。

- (イ) 第7頁第9行目の記載「オイル類の」を「オイル類や」と訂正する。
- (ロ) 同頁第13行目の記載「形成しうる。」を「形成しうるものである。」と訂正する。
- (ハ) 第8頁第14行目の記載「Co-Ni合金」を「Co-Ni系合金」と訂正する。
- (ニ) 第9頁第5行目の記載「非磁性合金層」を「非磁性合金層」と訂正する。
- (ホ) 同頁第7行目の記載「Co-Ni合金」を「Co-Ni系合金」と訂正する。
- (ヘ) 同頁第14行目の後に、  
「〈実施例3〉

実施例1と同様に、合金円盤1の材料としてAl-Mg合金を用い、非磁性合金層2としてNi-P層を形成した後、磁性薄膜3としてCo-Ni系合金層を厚さ500Åで形成し、この面上にカーボン保護層4を厚さ300Åに形成させた。こうして得られたディ

スク状円盤を、フレオンで洗浄してカーボン保護層4上に化学結合していない余分の潤滑剤を洗い流して磁気記録体とした。得られた磁気記録体の表面に化学修飾された潤滑剤5の厚さを、FT-IRによる吸収ピークにより検査したところ2.5~7.0nmの厚さに入っていることがわかった。

本実施例に示したように、カーボン保護層4を表面処理して、上記保護層4上に-OH基あるいは-COOH基等を形成することにより、潤滑層5を強固に形成することができる。上記のカーボン保護層4を表面処理する方法としては、本実施例ではプラズマ処理法を示したが、この方法に限定されることなく、カーボン保護層4上に上記の官能基を形成しうる方法であれば、どのような方法でもかまわない。」を挿入する。

- (ト) 第9頁第17行目の記載「非磁性合金層」を「非磁性合金層」と訂正する。

(チ) 同頁第19行目の記載「Ni合金」を「Ni系合金」と訂正する。

(リ) 第10頁第5行目の記載「非磁性合金層」を「非磁性合金層」と訂正する。

(ヌ) 同頁第7行目の記載「Ni合金」を「Ni系合金」と訂正する。

(ル) 同頁第9行目の後に、

「＜比較例3＞

実施例1と同様に、合金円盤1の材料としてAl-Mg合金を用い、非磁性合金層2としてNi-P層を形成し、磁性薄膜層3としてCo-Ni系合金を厚さ500Åで形成し、この面上にカーボン保護層4を厚さ300Åに形成させた。こうして得られたディスク状円盤を、実施例3に示したフッ素系潤滑剤を含む溶液中に浸せきした後、表面をフレオンで洗浄して磁気記録体とした。

得られた磁気記録体の表面に形成された潤滑層5の厚さを実施例3と同様な方法で測定したところ、1nm以下であった。」を挿入す

る。

(ヲ) 同頁第10行目～第20行目の記載「実施例・・・・・・皆無であった。」を

「実施例3と比較例3に示したように、カーボン保護層4を表面処理して官能基を形成することにより、潤滑剤が容易にカーボン保護層4上に化学結合するようになり、潤滑層5を強固に結合させることができる。

実施例1～3および比較例1～3に示した磁気記録体と、Mn-Znフェライトヘッドを用いてヘッド浮上量0.2μmで、CSS方式による記録再生試験を実施した。比較例2の場合には一万回の繰返し後に、比較例1、3の場合には二万回の繰返し後に目視観察できるきずが発生し、記録再生エラーを生じた。また比較例1の場合には、試験初期よりヘッドと磁気記録体が密着して始動時にヘッドが浮上しにくいという欠点があった。これに対し、実施例1～3の場合には、ヘッドと磁気記録体の密着は見られず、三万回の繰返し後

にもきずは皆無であり、記録再生エラーも生じなかった。」

と訂正する。

以上